



小角散乱法による分散微粒子の構造解析

山本勝宏

名古屋工業大学大学院工学研究科

キーワード：キーワード：小角散乱，多孔性微粒子，ベントナイト，ゼオライト，ダイアトマイト

1. 背景と研究目的

ゾルゲル反応を利用した微粒子の合成、およびその凝集体の構造解析、特に反応後の最終構造の観測に走査型電子顕微鏡観察がよく用いられる。顕微鏡観察は、直感的に理解しやすく、有効な手段である。一方、電子顕微鏡観察は、反応途中の観測は特殊環境、あるいは特殊な系を除けばほぼ不可能といっている。一方、小角散乱法は、その場観察にとっても適しており、溶液のゾル状態から、反応が進行し、固体状態に至るまで観測が可能である。本実験では、反応後、微粒子分散液における小角散乱その構造に関する情報を理解することを目的とした。

2. 実験内容

ゾルゲル反応で作成したシリカ微粒子、天然に存在する無機微粒子の分散液を準備した。カメラ長 4m、X 線波長 $\lambda = 0.092\text{nm}$ とした。検出器は Pilatus 100K を 2 台並べて用いた。試料はゾルゲル反応で合成した多孔質シリカ粒子、ゼオライト粒子、珪藻土（ダイアトマイト）微粒子、ベントナイト微粒子の水溶液を用いた。粒子濃度は 1wt%を用いた。散乱ベクトルの大きさ q は $q = 4\pi \sin\theta/\lambda$ で定義される。

3. 結果および考察

図に、各微粒子からの小角散乱の測定結果を記す。シリカ粒子は微粒子サイズが大きく、分散液調整から時間とともに沈殿が生じてしまい、分散した粒子濃度が低くなりすぎたため、散乱が得られなかった。ベントナイト微粒子からの散乱はあり、小角側に散乱強度に特徴的な q 依存性が観測され、その傾きは-2（質量フラクタル次数 2）であった。ベントナイトは層状（シート）結晶でもあることから、結晶がナノシート状に剥離した状態で分散していることが示唆される。多孔質として知られる珪藻土、およびゼオライトは矢印に示す位置に散乱（肩）がみられる。試料内部の空孔に由来するものであると考えられる。小角側の傾きがそれぞれ、-3 とよび-4 程度であり、3 次元的にネットワーク構造を有した試料であることに由来すると考えられる。

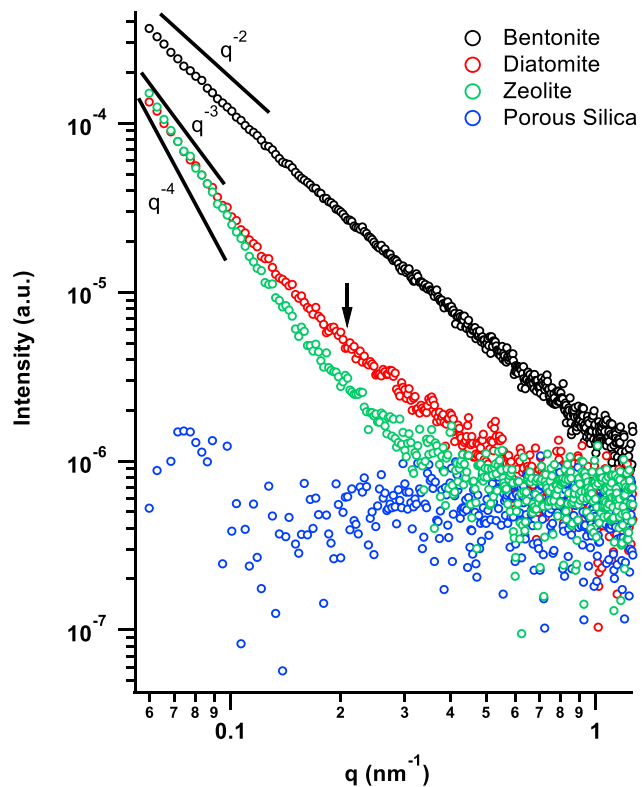


Figure 1. SAXS profiles of bentonite, diatomite, porous silica, and zeolite particles dispersed in water.